

恩替卡韦杂质 分析报告

—安徽贝克制药股份有限公司

一、检测方法：

由客户提供

二、客户要求：

对恩替卡韦杂质分离并考察其重复性。

三、方法原理

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测，对其杂质进行分离。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 水：纯净水

4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪：LC5090 液相色谱仪（含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器）

4.2.2 分析天平：感量 0.0001 g

4.2.3 微孔滤膜：0.45 μ m

五、样品

样品由客户提供。

六、仪器条件

a) 色谱柱：SunShell C18，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μ m

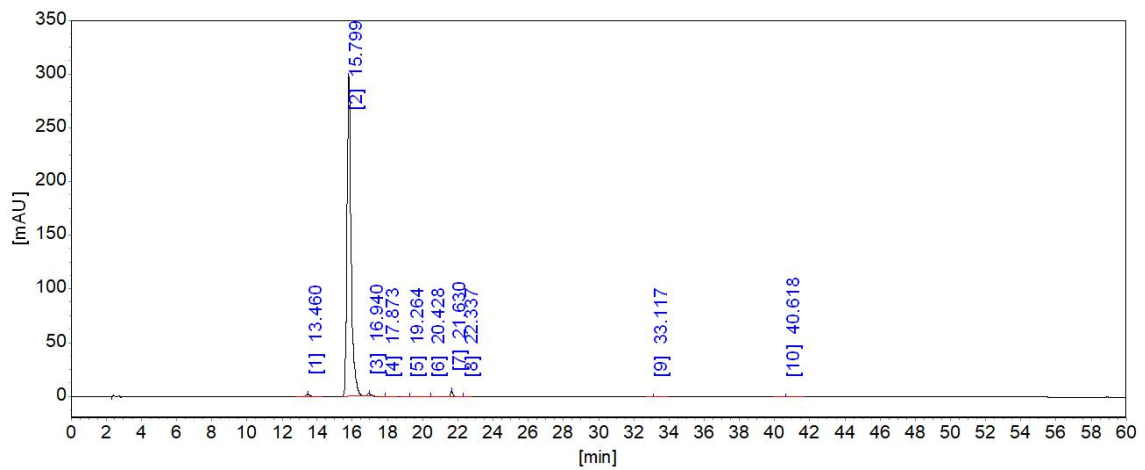
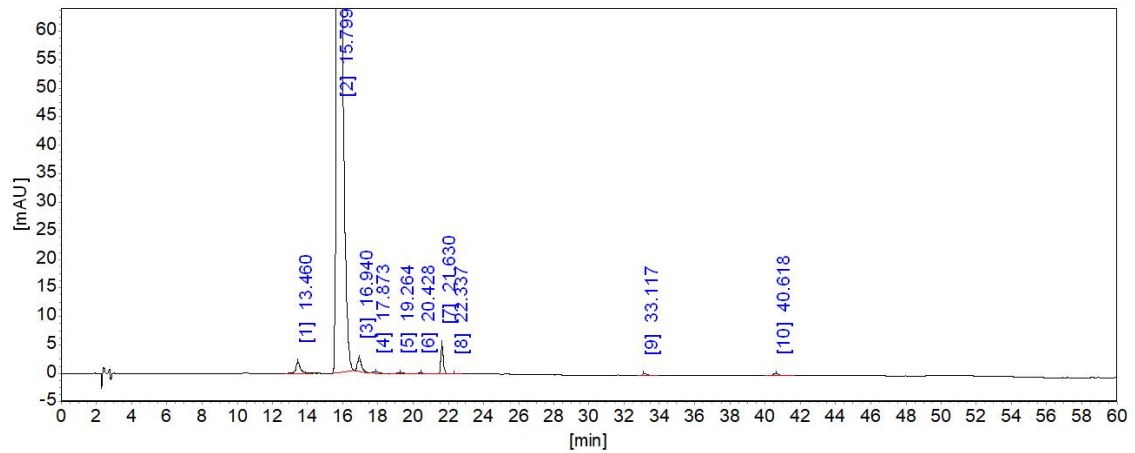
b) 流动相 A：水：乙腈=97:3；流动相 B：乙腈

时间	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
8	100	0
50	77	23
75	17	83

- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 检测器: UV 254 nm
- e) 柱温: 25 °C
- f) 进样量: 10 μ L

七、分析结果

7.1 恩替卡韦样品 3 针谱图及分析结果



系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	理论塔板	理论塔板/米	分离度	拖尾因子
1		13.460	0.23378	18366	73463	0.000	1.133
2		15.799	0.22870	26440	105758	5.967	1.403
3		16.940	0.24136	27288	109153	2.863	1.304
4		17.873	0.56375	5569	22275	1.368	1.449
5		19.264	0.55296	6723	26894	1.469	1.155
6		20.428	0.49301	9511	38045	1.314	1.156
7		21.630	0.13820	135710	542839	2.246	1.338
8		22.337	0.42531	15280	61121	1.480	1.127
9		33.117	0.32635	57049	228198	16.924	1.837
10		40.618	0.31076	94648	378593	13.893	1.613

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [%]
1		13.460	1963.0	33657.7	0.6766	0.6766
2		15.799	298034.7	4810495.8	96.6957	96.6957
3		16.940	2368.5	37886.6	0.7616	0.7616
4		17.873	180.9	6184.1	0.1243	0.1243
5		19.264	256.6	8644.1	0.1738	0.1738
6		20.428	196.1	5985.7	0.1203	0.1203
7		21.630	5361.5	53250.6	1.0704	1.0704
8		22.337	106.3	2659.0	0.0534	0.0534
9		33.117	257.0	5695.9	0.1145	0.1145
10		40.618	465.2	10421.6	0.2095	0.2095
总计:			309189.8	4974881.0	100.0000	100.0000

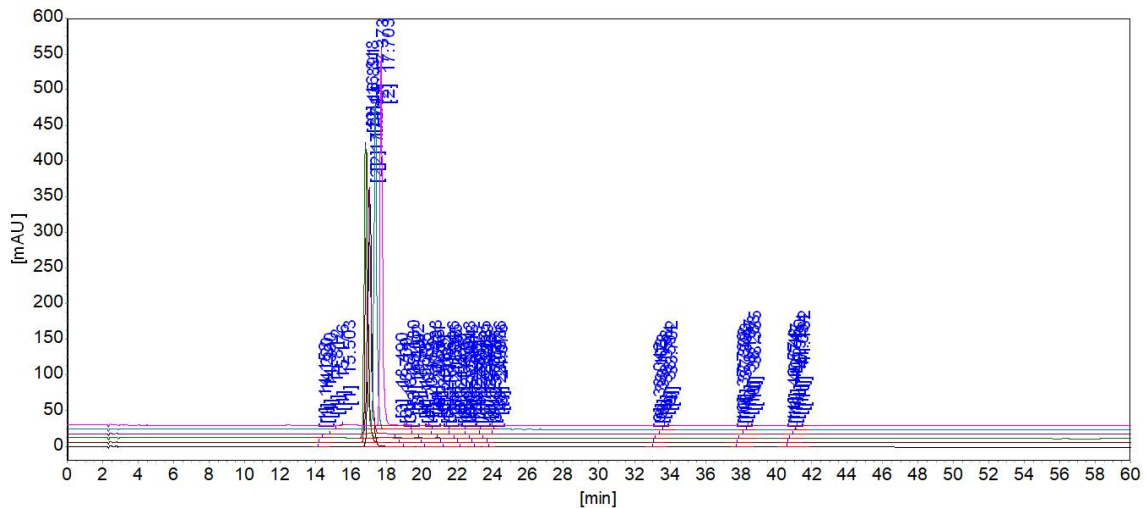
分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [%]
1		13.547	1993.4	34257.9	0.6707	0.6707
2		15.984	265273.4	4943942.8	96.7862	96.7862
3		17.148	2583.3	40320.2	0.7893	0.7893
4		19.068	235.5	7647.2	0.1497	0.1497
5		20.225	220.1	6743.4	0.1320	0.1320
6		21.275	142.5	3687.3	0.0722	0.0722
7		21.795	5757.7	53201.0	1.0415	1.0415
8		23.027	95.5	2260.1	0.0442	0.0442
9		33.081	243.0	5167.6	0.1012	0.1012
10		40.622	472.6	10881.8	0.2130	0.2130
总计:			277017.0	5108109.4	100.0000	100.0000

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [%]
1		13.665	1971.8	34018.0	0.6696	0.6696
2		16.139	262055.5	4915495.6	96.7534	96.7534
3		17.333	2220.3	40136.2	0.7900	0.7900
4		18.800	198.7	6863.6	0.1351	0.1351
5		20.024	217.2	6708.5	0.1320	0.1320
6		21.080	163.6	4729.6	0.0931	0.0931
7		21.954	6060.8	54473.8	1.0722	1.0722
8		22.864	89.9	2226.9	0.0438	0.0438
9		33.110	244.1	4980.2	0.0980	0.0980
10		40.657	476.7	10803.2	0.2126	0.2126
总计:			273698.6	5080435.7	100.0000	100.0000

7.2 恩替卡韦对照品 6 针重复性谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]	含量 平均值 [%]	含量 RSD [%]
1		14.709	3.738	1784.3	13.982	107.9	14.891	0.036	16.377
2		17.147	1.943	4935285.3	3.385	413556.5	16.927	99.199	0.030
3		19.448	1.938	6612.8	13.251	211.0	10.767	0.133	11.904
4		20.591	1.552	5654.1	12.776	191.6	10.553	0.113	9.656
5		21.505	1.097	4486.7	11.770	162.8	8.495	0.089	9.696
6		22.483	1.123	3169.7	11.438	122.5	9.317	0.064	9.711
7		23.222	0.758	2429.0	7.636	101.5	6.245	0.048	5.649
8		23.899	0.709	1836.4	13.369	87.5	10.615	0.037	16.193
9		33.336	0.816	2818.5	14.140	140.6	4.443	0.057	16.044
10		38.037	0.697	2469.9	8.686	106.1	16.273	0.050	6.755
11		40.861	0.600	7491.2	3.839	395.1	3.665	0.151	6.168

说明: 以上数据仅供参考, 如有问题请电话联系。

地址: 四川省成都市成华区成致路50号3栋2单元3楼

分析员: 赵倩

电话: 15657600612

邮编: 610052

审核: 金迁

日期: 2022.3.08